

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-147975

(43)Date of publication of application : 15.06.1993

(51)Int.Cl.

C03C 13/00
C03B 37/01
C03C 3/06
C03C 3/087
C03C 3/091

(21)Application number : 03-335500

(71)Applicant : NICHIAS CORP

(22)Date of filing : 26.11.1991

(72)Inventor : HIOKI TAKAO
MASUYAMA HISAO
FUKUOKA KIYOSHI
SHIRAI SHOICHIRO
TASHIRO HAJIME
TAKIMOTO KOZO

(54) HEAT RESISTANT GLASS FIBER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a glass fiber having much more excellent heat resistance than an E glass fiber, capable of being easily produced with the E glass fiber as starting material and similar to the E glass fiber in physical properties except heat resistance.

CONSTITUTION: This heat resistant glass fiber has the practically same glass compsn. of borosilicate glass as an E glass fiber as a whole but only the surface layer is made of siliceous glass having $\geq 80\text{wt.}\%$ SiO_2 content.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 19.05.1993

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 12.09.1995

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

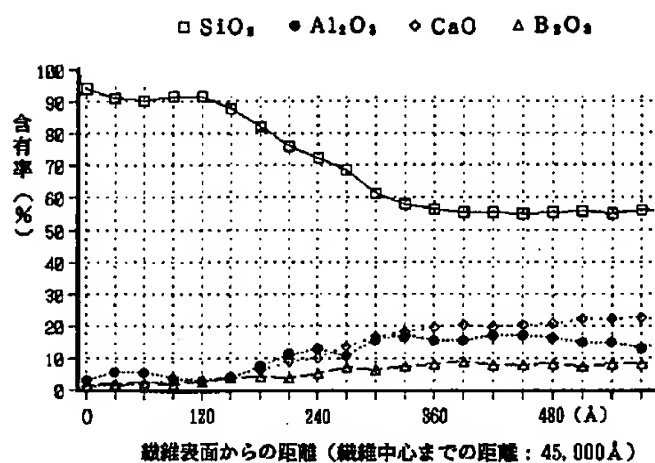
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] It is the high temperature fiber glass to which, as for the surface section, SiO₂ content is characterized by the bird clapper from 80% of the weight or more of the nature glass of a silica although it has the same glass composition substantially with E glass fiber as the whole fiber.

[Translation done.]

Drawing selection [Representative drawing] ☒

[Translation done.]

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **05147975 A**

(43) Date of publication of application: **15.06.93**

(51) Int. Cl. **C03C 13/00**
C03B 37/01
C03C 3/06
C03C 3/087
C03C 3/091

(21) Application number: **03335500**

(22) Date of filing: **26.11.91**

(71) Applicant: **NICHIAS CORP**

(72) Inventor: **HIOKI TAKAO**
MASUYAMA HISAO
FUKUOKA KIYOSHI
SHIRAI SHOICHIRO
TASHIRO HAJIME
TAKIMOTO KOZO

(54) **HEAT RESISTANT GLASS FIBER**

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a glass fiber having much more excellent heat resistance than an E glass fiber, capable of being easily produced with the E glass fiber as starting material and similar to the E glass fiber in

physical properties except heat resistance.

CONSTITUTION: This heat resistant glass fiber has the practically same glass compsn. of borosilicate glass as an E glass fiber as a whole but only the surface layer is made of siliceous glass having 30wt.% SiO₂ content.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 5 - 1 4 7 9 7 5

(43) 公開日 平成 5 年 (1993) 6 月 15 日

(51) Int. Cl. ⁵

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C03C 13/00

C03B 37/01

7224-4G

C03C 3/06

3/087

3/091

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平 3 - 3 3 5 5 0 0

(22) 出願日 平成 3 年 (1991) 11 月 26 日

(71) 出願人 0 0 0 1 1 0 8 0 4

ニチアス株式会社

東京都港区芝大門 1 丁目 1 番 2 6 号

(72) 発明者 日置 隆雄

東京都杉並区下高井戸 2 - 2 9 - 1

(72) 発明者 増山 久男

横浜市保土ケ谷区今井町 5 0 9 - 1

(72) 発明者 福岡 清

神奈川県川崎市中原区荻宿 3 9

(72) 発明者 白井 省一郎

横浜市磯子区杉田 2 - 2 5 - 6

(74) 代理人 弁理士 板井 一穂

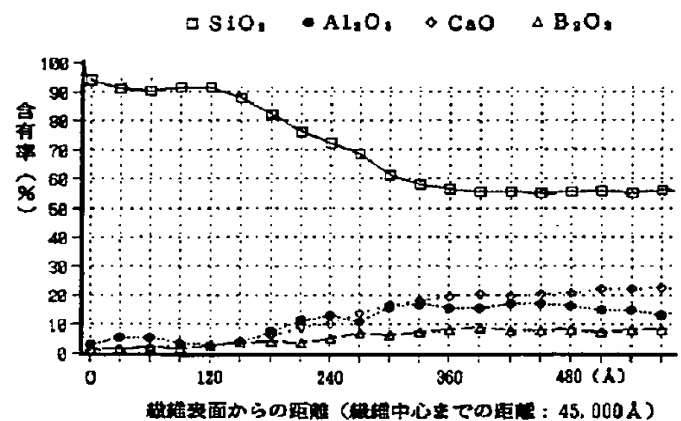
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐熱性ガラス繊維

(57) 【要約】

【構成】 繊維全体としては E ガラス繊維と実質的に同一のガラス組成を有しホウケイ酸ガラスに属するが、表層部だけが SiO_2 含有率 80 重量% 以上のシリカ質ガラスからなる耐熱性ガラス繊維。

【効果】 E ガラス繊維よりも顕著に優れた耐熱性を示す。E ガラス繊維を原料にして容易に製造することができ、耐熱性以外の物性は E ガラス繊維のそれと酷似する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 繊維全体としては E ガラス繊維と実質的に同一のガラス組成を有するが表層部は SiO_2 含有率が 80 重量%以上のシリカ質ガラスからなることを特徴とする耐熱性ガラス繊維。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、繊維全体の平均的ガラス組成においては E ガラス繊維のそれと実質的に同一でありながら E ガラス繊維よりも耐熱性が顕著に優れていて断熱材や高温電気絶縁用途に好適な耐熱性ガラス繊維に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 E ガラス繊維は電気絶縁性や耐腐食性に優れ、引張強度も大きいので、最も一般的なガラス繊維として電気絶縁用材、断熱材、各種繊維強化複合材料用の補強繊維等に広く利用されており、長繊維のほとんどは E ガラス繊維が占めている。組成上の特徴は、無アルカリガラス繊維と呼ばれるようにアルカリ金属の含有率が 1%未満のホウケイ酸ガラスからなることにある。E ガラス繊維の軟化点は約 845℃であるが、普通は約 350℃が使用可能な温度の上限である。それ以上の温度では、何らかの荷重が加えられている実用状態においては徐々に変形が起こり、それは冷却後も回復しないから、たとえばマット状のものは弾力性の無い塊になってしまう。E ガラス繊維では耐熱性が不足する分野においてはセラミック繊維、一般的にはシリカアルミナ繊維が使用される。しかしながら、セラミック繊維はガラス繊維よりも耐熱性が良いかわりに原料セラミックスを繊維化するときの温度も高く、また繊維化にも高度の技術が必要とするから、ガラス繊維と比べるときわめて高価である。しかも、一般的には連続繊維の製造は困難である。したがって、E ガラス繊維の耐熱性では不十分であってもセラミック繊維ほどの耐熱性は必要としない用途においては、セラミック繊維よりも、ガラス繊維の改質によって製造可能な高度耐熱性繊維のほうが好ましい。セラミック繊維に代わり得る耐熱性繊維は、健康への悪影響が近年指摘され始めたセラミック繊維の使用量を減

らそうとする観点からも有意義である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 そこで本発明は、ガラス繊維を原料として製造可能な、そして耐熱性においてセラミック繊維に近い性能を示す耐熱性ガラス繊維を提供することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明が提供することに成功した耐熱性ガラス繊維は、繊維全体としては E ガラス繊維と実質的に同一のガラス組成を有するが、表層部は SiO_2 含有率が 80 重量%以上、好ましくは 85 重量%以上、特に好ましくは 90 重量%以上のシリカ質ガラスからなることを特徴とするものである。

【0005】 一般的な E ガラス繊維の SiO_2 含有率は約 50~63 重量%であり、本発明のガラス繊維も全体の平均的組成としては上記 E ガラス繊維と実質的に同一の、すなわち多くても 70 重量%を超えない SiO_2 含有率のものであるから、上記高シリカ質の表層部は本発明のガラス繊維において薄いライニング層のように明確に存在する。但し、繊維表面から芯部までの間で組成が不連続に変化する明確な 2 層構造を有するわけではなく、 SiO_2 含有率は繊維表面から内側に向かって、急激にはあるが連続的に減少するので、本発明において SiO_2 含有率を問題にする場合は繊維表面から深さ 120 Å までの領域を表層部と呼ぶ。繊維の芯部よりも高い SiO_2 含有率を有することが分析により確認できる高シリカ質の領域は、上記表層部からさらに数百 Å ないし約 1000 Å の深さまで伸びているが、この高シリカ質領域全体をみても、それは繊維径が 10 μm (10 万 Å) 程度の普通のガラス繊維においてはきわめて薄い“表皮”ともいふべき狭い領域である。

【0006】 表層部における SiO_2 以外の成分は特に限定されるものではないが、耐熱性に悪影響がある成分たとえば B_2O_3 等はできるだけ少ないことが望ましい。本発明によるガラス繊維の主要構成成分のおよその含有率を表層部と繊維全体について示すと次のようになる。参考値として一般的な E ガラス繊維の組成を併せて示す。

	繊維表層部	繊維全体の平均値	E ガラス繊維
SiO_2 (%)	80 以上	50~65	50~63
Al_2O_3 (%)	少量	10~16	12~16
B_2O_3 (%)	少量	2~12	8~13
$\text{CaO} + \text{MgO}$ (%)	少量	14~21	15~20
$\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ (%)	微量	微量	微量

【0007】

【作用】 SiO_2 含有率が 80 重量%以上の表層部を有する本発明のガラス繊維は、理由は解明されていないが実用上の耐熱限界温度が E ガラス繊維のそれよりも著しく高い。たとえば、E ガラス繊維からなるマットは約 700℃を超える温度では繊維の熱変形により急速に収縮し

て密度の高い塊になり、耐火被覆材としての機能を果たさなくなるが、本発明のガラス繊維からなるものは、少なくとも 900℃で 30 分間の加熱に耐え、1050℃・30 分間の加熱に耐えるものさえある。本発明のガラス繊維は、耐熱性が上述のように従来のガラス繊維の水準を超えるものであるが、耐熱性以外の物性および化学

の性質においては、繊維全体の平均的なガラス組成から期待されるとおり、E ガラス繊維と同等のものである。

【0007】本発明のガラス繊維と同様に高シリカ質の表面層とE ガラス類似の芯層を持つものであっても、シリカ質表面層が厚く、それにより繊維全体の平均的なガラス組成もE ガラス繊維のそれとは著しく異なる高シリカ質繊維は、組成的にはいわゆるシリカ繊維に近く、耐熱性は本発明のガラス繊維よりも優れているが、柔軟性がなく、さらに引張強度が低いので、ニードルパンチ加工などの加工ができない。また、もろく崩壊し易いので発塵による健康への悪影響が懸念されるなど、E ガラス繊維の持つ特長の幾つかは失われているから、本発明の目的からは外れるものである。

【0008】本発明のガラス繊維は、E ガラス繊維を酸の水溶液中に適当時間浸漬して繊維表面付近にあるアルカリ土類金属、アルカリ金属、アルミナ、酸化ホウ素等、シリカ以外の成分を溶出させたのち、水洗し加熱乾燥するだけで容易に製造することができる。すなわち、原料繊維を構成するE ガラスはきわめて緻密であって酸を浸透させないため、酸によるガラス成分の溶出は繊維表面からしか起こらず、一部成分が溶出して表層部の組織がルーズになることにより初めてその内側への酸の浸透が可能になるから、酸処理により必ず明確な高シリカ質表面層が形成され、内部は実質的にもとのE ガラスのまま残るのである。

【0009】酸処理に使用する酸としては、塩酸が最も適しており、次いで硝酸が適する。酸処理における繊維成分の溶出速度は、用いる酸の濃度、処理温度、攪拌の有無もしくは程度等により異なるので、好適処理時間は

実験的に決定する必要があるが、濃度約9～12%、温度約40～70℃の塩酸を使用する場合、約30分～数時間の浸漬処理で本発明のガラス繊維を得ることができる。

【0010】

【実施例】日本電気硝子株式会社製のE ガラス繊維（平均繊維径9 μ mの長繊維）を塩酸水溶液に浸漬して本発明のガラス繊維を製造した。塩酸水溶液としては濃度9%、温度40℃のもの、または濃度12%、温度70℃のものをを用い、使用量は、原料繊維重量の7倍量とした。浸漬時間を種々変更して得られた繊維および原料繊維のガラス組成および耐熱性を表1にまとめて示す。なお、組成分析は、表層部については光電子分光装置により行い、繊維全体については粉碎して化学分析により行った。“耐熱性”は下記試験における判定結果を示す。

【0011】耐熱性試験法：繊維をルツボに入れ、電気炉中で900℃～1050℃の範囲で50℃おきに30～120分間加熱し、繊維の変化を観察し、次の基準で耐熱性を判定する。

◎ 繊維のしなやかさがほぼ保たれている。

○ 繊維のしなやかさが半ば失われている。

△ 繊維の形状は残っているがしなやかさがほとんど失われている。

▲ 繊維が融着し変形している。

× 繊維がすべて熔融し試料全体が一つの塊になっている。

【0012】

【表1】

試料 No.		①	②	③	④	⑤	⑥
塩酸濃度 (%)		9	9	9	12	12	原料
処理温度 (°C)		40	40	40	70	70	E ガラス
処理時間 (H)		4	12	24	1	3	繊維
分 析 結 果 (%)	SiO ₂ (全体)	55.1	55.2	61.8	55.4	65.8	54.6
	" (表層部)	90.0	91.5	93.9	91.1	93.5	
	Al ₂ O ₃ (全体)	15.3	15.3	13.1	15.4	12.0	15.5
	" (表層部)	3.9	3.4	2.7	3.5	2.6	
	CaO+MgO (全体)	21.4	21.3	18.1	21.0	16.2	21.6
	" (表層部)	2.9	2.1	1.8	2.5	2.3	
	B ₂ O ₃ (全体)	8.2	8.2	7.0	8.2	6.0	8.3
	" (表層部)	3.2	3.0	1.6	2.9	1.6	
耐 熱 性	900℃・30分	◎	◎	◎	◎	◎	×
	950℃・30分	◎	◎	◎	◎	◎	×
	1000℃・30分	○	○	○	◎	◎	×
	1050℃・30分	▲	△	△	◎	◎	×

【0013】また、上記製造例による試料②のガラス繊維の表面から中心方向へのガラス組成変化を30Å間隔で調べた結果を図1に示す。

【0014】

【発明の効果】上述のように、本発明によるガラス繊維はEガラス繊維を原料として容易に製造することができ、しかも耐熱性においてはセラミック繊維に近い優れた性能を示す。したがって、従来Eガラス繊維では耐熱

性が不十分のためセラミック繊維を使用せざるを得なかった多くの分野で使用することができ、建築における耐火被覆等のコスト削減と環境衛生の改善に大きな貢献をなし得るものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例で処理されたEガラス繊維（試料②）のガラス組成を示すグラフ。



Creation date: 04-13-2004
Indexing Officer: AVU - ANHTRAM VU
Team: OIPEBackFileIndexing
Dossier: 09766318

Legal Date: 04-14-2002

No.	Doccode	Number of pages
1	SRNT	1

Total number of pages: 1

Remarks:

Order of re-scan issued on